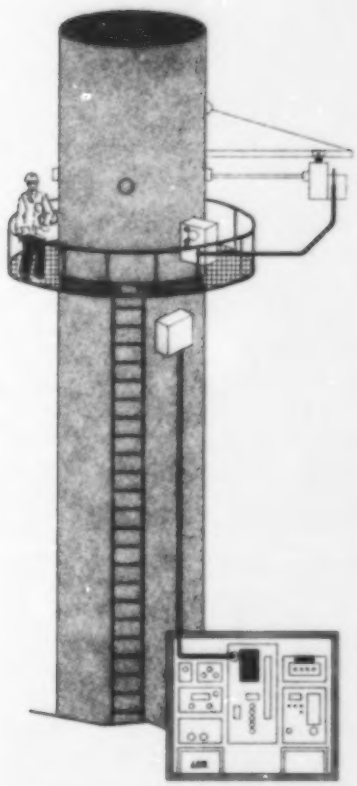
Environmental Protection Series



Reference Method for Source Testing: Measurement of Releases of Mercury from Mercury Cell Chor-Alkali Plants

Reference Method EPS 1/RM/5
June 1990

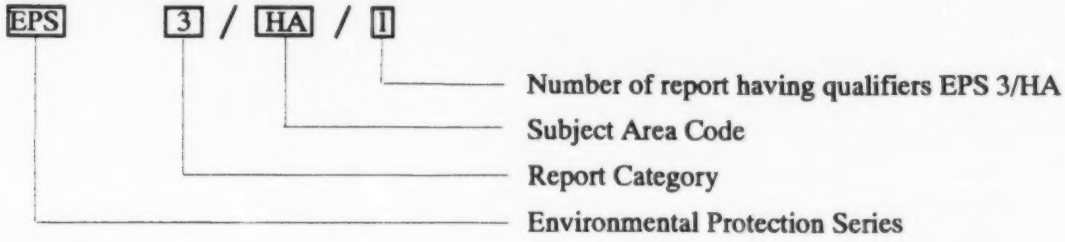
PRINTED IN CANADA

Canada

Environment Canada Environnement Canada

ENVIRONMENTAL PROTECTION SERIES

Sample Number:



Categories

1 Regulations/Guidelines/Codes of Practice
2 Problem Assessments, and Control Options
3 Research and Technology Development
4 Literature Reviews
5 Surveys
6 Social, Economic and Environmental Impact Assessments
7 Surveillance
8 Policy Proposals & Statements
9 Manuals

Subject Areas

AG Agriculture
AN Anaerobic Technology
AP Airborne Pollutants
AT Aquatic Toxicity
CC Commercial Chemicals
CE Consumers and the Environment
CI Chemical Industries
FA Federal Activities
FP Food Processing
HA Hazardous Wastes
IC Inorganic Chemicals
MA Marine Pollution
MM Mining and Ore Processing
NR Northern and Rural Regions
PF Paper and Fibres
PG Power Generation
PN Petroleum and Natural Gas
RA Refrigeration and Air Conditioning
RM Reference Methods
SF Surface Finishing
SP Oil and Chemical Spills
SRM Standard Reference Methods
TS Transportation Systems
TX Textiles
UP Urban Pollution
WP Wood Protection/Preservation

New subject areas and codes are introduced as they become necessary. A list of EPS reports may be obtained from Environmental Protection Publications, Conservation and Protection, Environment Canada, Ottawa, Ontario, Canada, K1A 0H3

This publication is printed on paper containing recovered waste.

Reference Method for Source Testing: Measurement of Releases of Mercury from Mercury Cell Chlor-alkali Plants

by the

Pollution Measurement Division
Technology Development Branch
Environment Canada

Reference Method EPS 1/RM/5
June 1990

90-06385/1

Canadian Cataloguing in Publication Data

Main entry under title:

Reference method for source testing : measurement of releases of mercury from mercury cell chlor-alkali plants

(Reference method ; EPS 1/RM/5)
Text in English and French with French text on inverted pages.
Title on added t.p.: Méthode de référence en vue d'essais aux sources, mesure des rejets de mercure des usines de chlore et de soude caustique équipées d'électrolyseurs au mercure.
Rev. ed. of: Standard reference methods for source testing, measurement of emissions of mercury from mercury cell chlor-alkali plants. Canada. Air pollution Control Directorate, 1976. Cf forward.
Includes bibliographical references.
ISBN 0-662-57520-2
DSS cat. no. En49-24/1-5

1. Hazardous wastes -- Canada. 2. Mercury -- Waste disposal. 3. Pollution -- Measurement. I. Canada. Environment Canada. II. Canada. Air Pollution Control Directorate. Standard reference methods for source testing, measurement of emissions of mercury from mercury cell chloralkali plants. III. Series: Report (Canada. Environment Canada); EPS 1/RM/5.

TD899.C5R43 1990 363.72'87 C90-098644-1E

© Minister of Supply and Services Canada 1990
Catalogue No. En 49-24/1-5
ISBN 0-662-57520-2
BEAUREGARD PRINTERS LIMITED

Readers' Comments

Inquiries pertaining to the use of this Reference Method should be directed to:

Pollution Measurement Division
Technology Development Branch
Environment Canada
River Road Environmental Technology Centre
Ottawa, Ontario
K1A 0H3

Additional Copies of this document can be obtained from:

Environmental Protection Publications
Technology Development Branch
Conservation and Protection
Environment Canada
Ottawa, Ontario
K1A 0H3

Foreword

The methods described in this report are used in conjunction with those described in Environment Canada Reference Method 1/RM/8, "Reference Method for Source Testing: Measurement of Releases of Particulate from Stationary Sources". These methods are used to determine the rate of mercury emissions from mercury cell chlor-alkali plants.

Application of this Reference Method (RM) for compliance testing requires strict adherence to the method in all respects. Deviation from the method may invalidate the test results. Any changes in equipment, reagents, materials, procedures, or calculations from those specified in the RM must be approved in writing by Environment Canada prior to testing. If deviations are made without prior approval, the validity of the test procedures shall be determined by Environment Canada on a case-by-case basis.

NOTE: Mention of trade names or commercial products does not necessarily constitute endorsement for use by Environment Canada.

This Reference Method (EPS 1/RM/5) is a revised version of "Reference Method for Source Testing: Measurement of Emissions of Mercury from Mercury Cell Chlor-alkali Plants", Report EPS 1-AP-76-1.

Table of Contents

Foreword v

List of Figures viii

Section 1
Principle 1

Section 2
Application 2

Section 3
Reliability 3
3.1 Specificity 3
3.2 Limit of Detection 3
3.3 Accuracy 3

Section 4
Apparatus 4
4.1 Sampling Train 4
4.2 Equipment Required for Sample Recovery and Analysis 7

Section 5
Reagents 9
5.1 Sampling 9
5.2 Recovery and Analysis 9

Section 6
Procedure 10
6.1 Sources Confined to Ducts or Stacks 10
6.2 Sampling Within the Cell Room Ventilation System 10
6.3 Sample Recovery and Analysis 13

Section 7
Calculations 14
7.1 Equations 14
7.2 Nomenclature 15

References 16

List of Figures

1 Mercury Sampling Train 5

2 Multipoint Sampling Manifold System 6

3 Flameless Atomic Absorption Analysis System 8

4 Moisture Analysis Data Sheet 11

5 Mercury Sampling Data Sheet 12

Section 1

Principle

Gaseous effluent containing mercury is extracted from a point within a stack, duct, or ventilator. The mercury is collected from the stream by impingement in an acid permanganate solution and converted to the oxidized mercury (II) form. Mercury (II) is then reduced to elemental mercury, aerated from the solution, and measured by flameless atomic absorption.

Section 2

Application

The method is used to determine the rate of mercury emission in the following gas streams:

(a) ventilation gases from the cell room,

(b) hydrogen stream,

(c) end-box ventilation stream, and

(d) gases exhausted from retorts used to recover mercury-contaminated waste.

CAUTION! Hydrogen and air mixtures are explosive, hence extreme caution must be exercised when sampling hydrogen streams. The following precautions are recommended:

(a) prior to sampling ensure that all connections in the meter box are tight and leak-free,

(b) operate only the vacuum pump during the test,

(c) use only a glass or Teflon probe,

(d) seal the sample port to minimize leakage of hydrogen from the stack, and

(e) vent the sample gas at least 3m (10 ft) away from the train.[1]

Section 3

Reliability

3.1 Specificity

The method is specific for mercury in the chlor-alkali plant gas streams detailed in Section 2.

3.2 Limit of Detection

The detection limit of the method is 10 ng of mercury in the aeration system. This is equivalent to a concentration of 2 $\mu g/m^3$, based on a 4-h sampling period of 1 L/min and a 10-mL aliquot of collecting solution.

3.3 Accuracy

The accuracy of the mercury collection and concentration measurement method is ±5%. For the actual period of flow measurement, the volumetric flow rate is accurate to within ±10%.

Section 4

Apparatus

4.1 Sampling Train

Impingers. Four Greenburg-Smith impingers are connected in series using ball and socket U-connectors and clamps (Figure 1). The first and second impingers have the standard tip and impaction plate. The third and fourth impingers are modified by replacing the tip and impaction plate of the standard design with a 13-mm (0.5 in.) ID glass tube extending to within 13 mm (0.5 in.) of the flask bottom. Inlet and outlet connectors are ball and socket type with 13-mm (0.5 in.) ID tubing.

Control Valve. A needle valve or equivalent is used to control the sample flow rate.

Pump. A leak-free, vacuum pump is used to withdraw the gas sample.

Dry Gas Meter. A dry gas meter calibrated to within ± 1% (according to Method F, Reference Method 1/RM/8) and equipped with a temperature indicator, is used to determine sample volume.

Rate Meter. A calibrated rotameter (or equivalent) with a range of 0 to 5 L/min is required to measure sample flow rate.

Probe.

(a) **Stack sampling.** When sampling within a confined source such as a stack, use a suitable probe made from stainless steel tubing or other material which does not absorb significant amounts of mercury. This is connected to the impinger train using the minimum amount of Teflon tubing required to join the probe to the glass sampling-train inlet.

(b) **Cell room sampling.** If the ventilation air leaving the cell room is confined to ducts or stacks, a suitable probe may be made from stainless steel tubing. However, if ventilation is via large, unconfined vents or roof-top openings, a multipoint sampling manifold system is required. Such a system, illustrated in Figure 2, can be made from ABS piping or other suitable material. Maintain the system at or above the ventilation air temperature.

Air-flow Measuring Device. A calibrated standard or S-type pitot tube is used (according to Method F, Reference Method 1/RM/8). If the air-flow velocity is below 3 m/s (10 ft/s) a calibrated vane anemometer or other suitable low-flow measuring device is required.

Barometer. A barometer capable of measuring atmospheric pressure to within 2.5 mm Hg (0.1 in. Hg) is required.

Temperature Gauge. A thermocouple or equivalent, capable of measuring temperatures to within 1.5% of the minimum temperature of the process gas, is required.

Differential Pressure Gauge. An inclined manometer or equivalent, capable of measuring pitot tube velocity pressure to within 0.127mm (0.005 in.) of H_2O, is required.

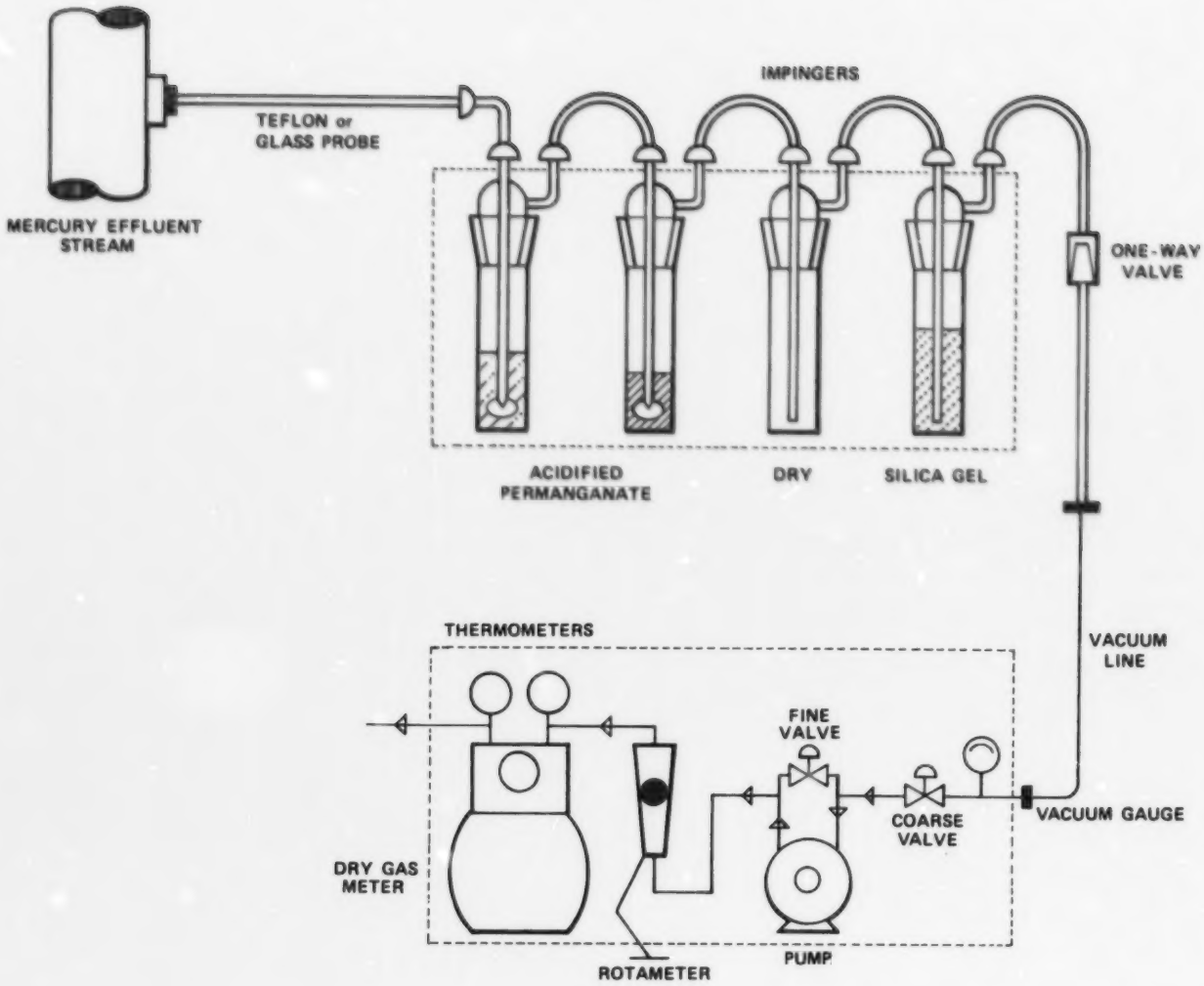


Figure 1 Mercury Sampling Train

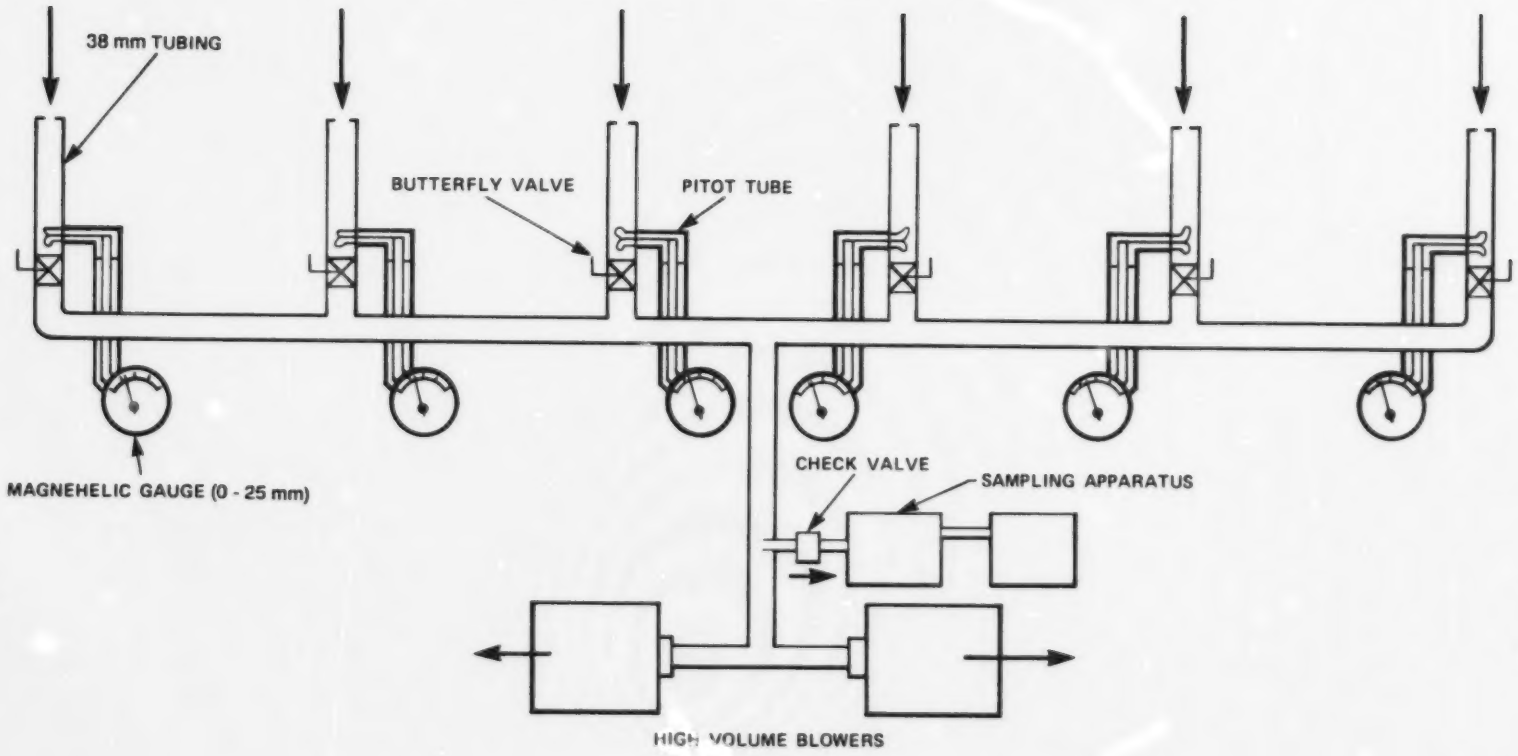


Figure 2 Multipoint Sampling Manifold System

4.2 Equipment Required for Sample Recovery and Analysis

Wash Bottles.

Volumetric Flasks. 100-, 250-, 500- and 1000-mL capacity.

Pipettes. 1-, 2-, 3-, 4- and 5-mL capacity.

Storage Bottles. Amber glass bottles are required to store recovered impinger samples.

Miscellaneous. Beakers and graduated cylinders.

Atomic Absorption Spectrophotometer. A portable unit used only for mercury analysis is used in the field. A research-grade instrument, if available on site, can also be used. Both types of instruments are available commercially. Figure 3 is a schematic diagram of the analysis system which includes a spectrophotometer, optical cell, pumping system and sample bottle.[2] The dimensions and materials shown in Figure 3 are recommended. Equipment which departs from these specifications must be demonstrated to be equivalent. This equipment is usually available as a complete kit from the spectrophotometer manufacturer.

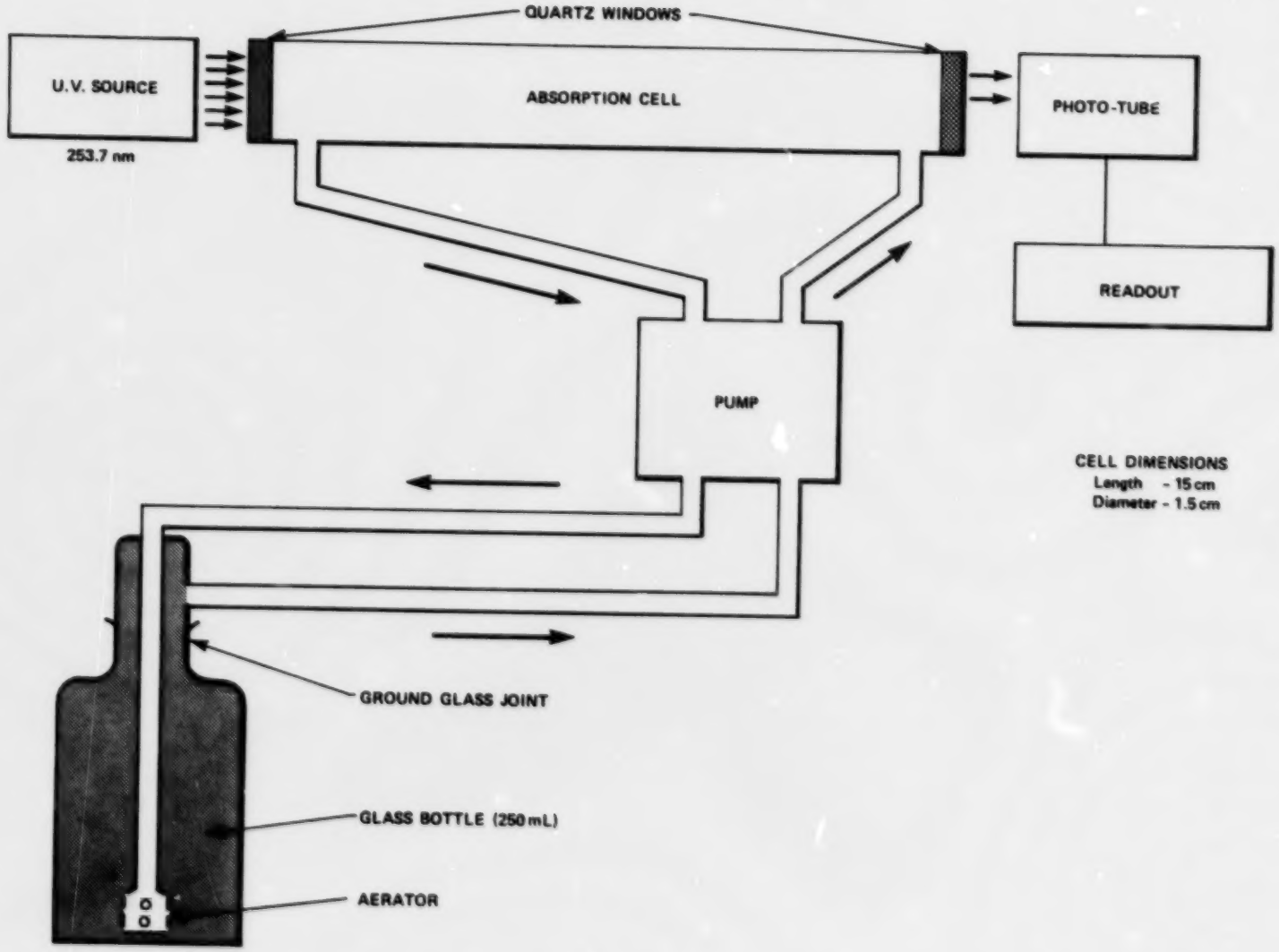


Figure 3 Flameless Atomic Absorption Analysis System

Section 5

Reagents

5.1 *Sampling*

Water. Deionized or distilled water.

Sulphuric Acid. (CAUTION: Wear protective eyeware). Prepare a 20% (v/v) solution by slowly adding 208 mL of concentrated sulphuric acid (H_2SO_4) to 750 mL of cooled distilled water. Stir slowly with continued cooling and dilute to a final volume of 1 L at ambient temperature.

Acid Permanganate Absorbing Solution. Prepare 2% (w/v) potassium permanganate ($KMnO_4$) in 10% (v/v) sulphuric acid solution by dissolving 20 g of reagent-grade potassium permanganate in 500 mL of 20% sulphuric acid and diluting to a final volume of 1 L. Prepare the amount required for one day's sampling. Place in an amber glass bottle and store in a cool, dark place. **Do not keep this reagent more than one day.**

Cleaning Solution. (CAUTION: Wear protective eyeware). Clean glassware prior to use with a solution prepared by slowly adding 35 mL of saturated potassium dichromate ($K_2Cr_2O_7$) to 1 L of concentrated sulphuric acid. This solution should be cooled during preparation.

Silica Gel. Indicating type, 6 to 16 mesh, dried at 175°C for 2 h.

5.2 *Recovery and Analysis*

Water. Deionized or distilled water is required.

Hydroxylamine Hydrochloride. Prepare a 15% (w/v) aqueous solution by dissolving 15 g of reagent-grade hydroxylamine hydrochloride ($NH_2OH{\cdot}HCl$) in 80 mL of water and diluting to 100 mL with distilled water. Store in a wash bottle.

Stock Mercury Standard. Stock mercury solutions can be purchased commercially or prepared from mercury salts. A solution made by dissolving 1.3535 g of mercuric chloride $HgCl_2$ (poisonous) in 50 mL concentrated nitric acid (HNO_3) and diluting to 1 L contains 1000 ppm mercury. This reagent, when stored in a glass container, can be considered stable for at least three months.

Intermediate Mercury Standard. Prepare a 10 ppm mercury standard in 1% (v/v) nitric acid by diluting 1 mL of the stock mercury standard to 100 mL with 1% (v/v) nitric acid. This reagent is stable for one week.

Sulphuric Acid. (CAUTION: Wear protective eyeware). Prepare a 2*N* solution by slowly adding 56 mL of concentrated sulphuric acid (H_2SO_4) to 900 mL of cooled water. Stir slowly with continued cooling and dilute to a final volume of 1 L at ambient temperature.

Stannous Chloride. Prepare fresh daily a 10% (w/v) solution of stannous chloride ($SnCl_2$) in 2*N* sulphuric acid by dissolving 10 g of stannous chloride in 80 mL of 2*N* sulphuric acid and making up to 100 mL with 2*N* sulphuric acid.

NOTE: All reagents should be mercury free.

Procedure

6.1 *Sources Confined to Ducts or Stacks*

(a) **Preparation of Sampling Train.** Wash all glass components carefully with cleaning solution. Rinse well with distilled water. Add 200 mL and 150 mL of absorbing solution to the first and second impingers, respectively. Leave the third impinger empty to buffer against acid or water carry over. Place 200 g of silica gel in the fourth impinger to protect the pump and the dry test meter. Weigh the impingers to within 0.5 g and record this information on the Moisture Analysis Data Sheet (Figure 4). Assemble the train as shown in Figure 1. Leak check the sampling train at the sampling site by plugging the inlet to the first impinger and pulling 250 mm Hg (3.3×10^4 Pa) of vacuum. A leakage rate not greater than 1% of the sampling rate is acceptable.

(b) **Sample Collection.** Using a barometer, measure the atmospheric pressure to within 2.5 mm Hg (3.3×10^2 Pa). Place the probe near the centre of the duct or stack. Turn on the pump and sample at a rate proportional to the stack gas velocity, maintaining the flow rate in the sample train between 1 to 3 L/min. Take readings at least every 15 minutes and when significant changes in stack conditions necessitate adjustments in sample flow rate. The dry gas meter outlet must be vented to the outside when sampling the hydrogen stack. Record the data required for each run in the table shown in Figure 5. When the desired sampling time has elapsed, turn off the pump and record the final readings. Remove the probe from the stack and disconnect it from the sampling train.

NOTE: **Refer to Section 5 on Reagents for details on cleaning solutions and reagent preparation.**

Stack Gas Velocity and Volumetric Flow Rate. The average stack gas velocity and average volumetric flow rate are determined according to the procedures specified in Reference Method EPS 1/RM/8, Method B. When applying this method, the dry molecular weight of the hydrogen stream is assumed to be 2.016. Similarly, if the content of the gas stream is substantially air, assume a dry molecular weight of 28.96.

6.2 *Sampling Within the Cell Room Ventilation System*

Preparation of Collection Train. Prepare the sample collection train according to part (a) of Section 6.1.

Sample Collection. The diversity and uniqueness of the ventilation systems which exist in the chlor-alkali industry preclude the preparation of an acceptable sample collection procedure to cover all systems. The system designed to sample each ventilation system must be approved by the appropriate regulatory agency. Once the sample collection program has been approved, sample collection is conducted according to the sample collection method (b) of Section 6.1.

Cell Room Air Velocity and Volumetric Flow Rate. The velocity and hence the volumetric flow rate of the cell room ventilation air is determined by using the procedures and apparatus specified in Reference Method EPS 1/RM/8, Method B,

Plant _____

Location _____

Test _____

Date _____

Test conducted by _____

Impinger Number	Contents	Weight (g)
1	Potassium Permanganate	final _____ initial _____
2	Potassium Permanganate	final _____ initial _____
3	Dry	final _____ initial _____
4	Silica gel	final _____ initial _____

Total moisture (W_{H_2O}) _____ g

Figure 4 Moisture Analysis Data Sheet

PLANT _____ AMBIENT TEMPERATURE _____ °C

LOCATION _____ BAROMETRIC PRESSURE _____ mm Hg

TEST NO. _____ STACK PRESSURE _____ mm Hg

DATE _____

START TIME _____

Sample (min)	Meter Volume (m^3)	Meter Temp. (°C)

Figure 5 Mercury Sampling Data Sheet

providing that the exiting air is confined to a duct and the air velocity exceeds 3 m/s.

If the ventilation system is relatively unconfined and the air velocity is less than 3 m/s (10 ft/s), a low-flow measuring device such as a vane anemometer must be used. The total number of traverse points and the frequency of traversing must be approved by the appropriate regulatory agency.

The volumetric flow rate is calculated from the average of these velocity measurements and the total ventilation outlet area.

6.3 Sample Recovery and Analysis

Samples. Transport the impinger train to the analytical laboratory taking all practical precautions to avoid sample contamination or loss. Determine the change in moisture in each impinger and record the results on the Moisture Analysis Data Sheet (Figure 4). Rinse the probe and connector to the inlet of the impinger train with fresh acid permanganate absorbing solution. This rinse may be added to either the first or second impinger. Reduce the excess permanganate in each of the first and second impingers immediately after sampling by slowly adding hydroxylamine hydrochloride directly to each impinger and gently mixing until the solutions turn clear. Transfer the reduced contents of each impinger to a 500-mL volumetric flask. Rinse the impingers (except silica gel), probe, and connecting glassware with distilled water adding the washings to the volumetric flask and diluting to the mark with distilled water.

Note: Atomic absorption must be completed within 30 minutes of the addition of hydroxylamine hydrochloride.

Standards. To prepare the standard curve, add 80 mL of acid permanganate to a 100-mL volumetric flask, and 1 mL of the 10 ppm mercury standard. Next, add enough hydroxylamine to decolorize the solution and make up to volume with distilled water.

Caution: Heat is generated and gas is evolved when the contents of the flask are mixed.

Invert slowly and mix carefully. Use this standard within 1/2 h of preparation to calibrate the atomic absorption unit. A 1-mL aliquot contains 100 ng of mercury, a 2-mL aliquot contains 200 ng, etc. Five points, each representing the mean of duplicate determinations, covering the range 0 to 500 ng/mL produce a linear response.

Prepare a reagent blank by following the same analytical procedure, but omit the addition of the mercury. The absorbance of a reagent blank using a 10-mL aliquot should be <0.008. The following description of the aeration procedure applies to both standards and samples.

Pipet an aliquot (usually 1 mL) of sample into the sample bottle used for aeration and dilute to 100 mL with water. Rapidly add 5 mL of stannous chloride reagent using a graduated cylinder or dispenser. Immediately close the analysis system by placing the aerator in the sample bottle. Aerate the sample at 3 L/min and record the maximum absorbance at 253.7 nm. Between samples, run a reagent blank to ensure that the analysis system has been purged of mercury by the circulating air.

Section 7

Calculations

To simplify recording during a test, field data may be entered in the units for which the sampling equipment is designed. These values must be converted, if necessary, to the metric units specified in the equations where they are used.

7.1 Equations

Dry Gas Meter Volume. The total sample volume measured by the dry gas meter is corrected to reference temperature and pressure conditions (25°C and 101.3 kPa) using Equation 1. For a temperature-compensated dry gas meter $(T_m)_{avg}$ should be substituted by the temperature specified by the manufacturer.

$$(V_m)_{ref} = \frac{Y\, V_m\, T_{ref}\, P_{bar}}{(T_m)_{avg}\, P_{ref}} \qquad (1)$$

Volume of Water Vapour. The volume of water vapour in the gas sample expressed at reference conditions (25°C and 101.3 kPa) is calculated using Equation 2.

$$(V_w)_{ref} = \frac{(W_{H_2O} \times 10^{-3})\, R\, T_{ref}}{M_{H_2O}\, P_{ref}} \qquad (2)$$

Moisture Content. The volumetric fraction of water vapour in the gas expressed at reference conditions (25°C and 101.3 kPa) is calculated using Equation 3.

$$B_{wo} = \frac{(V_w)_{ref}}{(V_w)_{ref} + (V_m)_{ref}} \qquad (3)$$

Volumetric Stack Gas Flow Rate. The average volumetric gas flow rate expressed on a dry basis and at reference conditions (25°C and 101.3 kPa) is calculated using Equation 4.

$$Q_s = 3600(U_s)_{avg}\ A_s(1 - B_{wo})\ \frac{T_{ref}\, P_s}{(T_s)_{avg}\, P_{ref}} \qquad (4)$$

The average gas velocity $[(U_S)_{avg}]$ and gas temperature $[(T_S)_{avg}]$ for the test run from each process stream are determined by averaging the velocities and temperatures, respectively as measured at the traverse points.

Average Mercury Concentration. The concentration of mercury from each process stream is calculated using Equation 5.

$$C_{Hg} = (W_a - W_b)\ \frac{V_{soln}}{V_a(V_m)_{ref}} \qquad (5)$$

Mercury Emission Rate. The mercury emission rate from each process stream is calculated using Equation 6.

$$ER_{Hg} = \frac{C_{Hg}\, Q_s\, 2.4 \times 10^{-5}}{P_d} \qquad (6)$$

7.2 *Nomenclature*

A_s = inside cross-sectional area of stack, m^2

B_{wo} = volumetric fraction of water vapour in the process stream, dimensionless

C_{Hg} = average concentration of mercury from each source on a dry basis at reference conditions, $\mu g/m^3$

ER_{Hg} = mass emission rate of mercury from each source, g/day/(1000 kg of rated capacity for chlorine production)

M_{H_2O} = molecular weight of water, 18 kg/kmol

P_{bar} = barometric pressure at the sampling site, kPa

P_d = rated capacity for chlorine production, 1000 kg chlorine/day

P_{ref} = reference pressure, 101.3 kPa

P_s = absolute stack gas pressure, kPa

Q_s = average volumetric gas flow rate from each source on a dry basis at reference conditions, m^3/h

R = universal gas constant, $8.31 kPa \cdot m^3 (kmol \cdot K)^{-1}$

$(T_m)_{avg}$ = average of the dry gas meter temperatures, K

T_{ref} = reference temperature, 298 K

$(T_s)_{avg}$ = average of the process source temperature, K

$(U_s)_{avg}$ = average gas velocity at the source, m/s

V_a = sample aliquot volume, mL

V_m = volume of gas sample at meter conditions, m^3

$(V_m)_{ref}$ = volume of gas sample at reference conditions, m^3

V_{soln} = total sample volume, usually 500 mL

$(V_w)_{ref}$ = volume of water vapour in the gas sample at reference conditions, m^3

W_a = amount of mercury in the aliquot, µg

W_b = amount of mercury in the blank, µg

W_{H_2O} = weight of water vapour condensed in the impingers, g

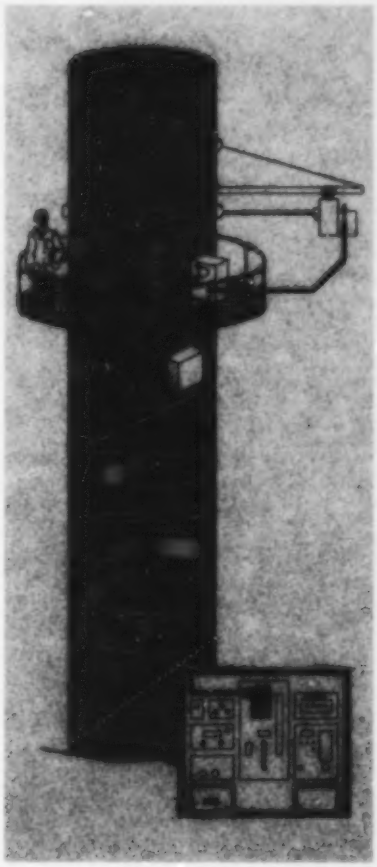
Y = dry gas meter calibration factor, dimensionless

References

1. EPA Method 102, "Determination of Particulate and Gaseous Mercury Emissions from Chlor-alkali Plants Hydrogen Streams", Revision 1, (November, 1985).

2. Hatch, R.W. and W.L. Ott, "Determination of Sub-microgram Quantities of Mercury by Atomic Absorption Spectrophotometry", *Analytical Chemistry 40*:2085 (1968).

Série de la Protection de l'environnement



Méthode de référence en vue d'essais aux sources : mesure des rejets de mercure des usines de chlore et de soude caustique équipées d'électrolyseurs au mercure

Méthode de référence SPE 1/RM/5
Juin 1990

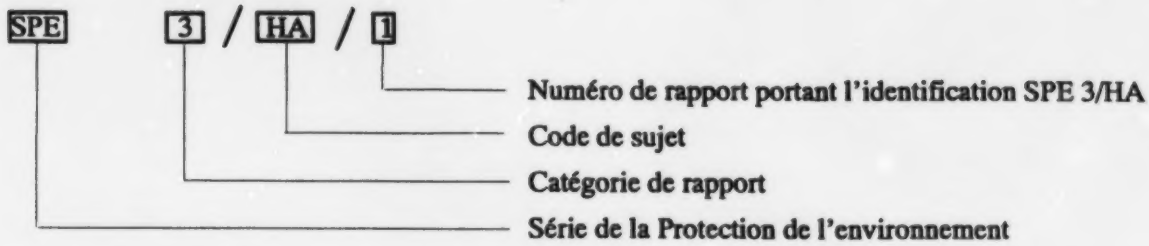
IMPRIMÉ AU CANADA

Canada

Environnement Canada | Environment Canada

SÉRIE DE LA PROTECTION DE L'ENVIRONNEMENT

Exemple de numérotation :



Catégories

1 Règlements/Lignes directrices/ Codes de pratiques
2 Évaluation des problèmes et options de contrôle
3 Recherche et développement technologique
4 Revues de la documentation
5 Inventaires, examens et enquêtes
6 Évaluations des impacts sociaux, économiques et environnementaux
7 Surveillance
8 Propositions, analyses et énoncés de principes généraux
9 Guides

Sujets

AG Agriculture
AN Technologie anaérobie
AP Polluants atmosphériques
AT Toxicité aquatique
CC Produits chimiques commerciaux
CE Consommateurs et environnement
CI Industries chimiques
FA Activités fédérales
FP Traitement des aliments
HA Déchets dangereux
IC Chimie inorganique
MA Pollution marine
MM Exploitation minière et traitement des minéraux
NR Régions du Nord et rurales
PF Papier et fibres
PG Production d'électricité
PN Pétrole et gaz naturel
RA Réfrigération et climatisation
RM Méthodes de référence
SF Traitements de surface
SP Déversements de pétrole et de produits chimiques
SRM Méthodes de référence normalisées
TS Systèmes de transport
TX Textiles
UP Pollution urbaine
WP Protection/préservation du bois

Des sujets et des codes additionnels sont introduits au besoin. On peut obtenir une liste des publications de la SPE en s'adressant aux Publications de la Protection de l'environnement, Conservation et Protection, Environnement Canada, Ottawa (Ontario) K1A 0H3.

Cette publication est imprimée sur du papier contenant des rebuts recyclés.

Méthode de référence en vue d'essais aux sources : mesure des rejets de mercure des usines de chlore et de soude caustique équipées d'électrolyseurs au mercure

par

Division de la mesure de la pollution
Direction du développement technologique
Environnement Canada

Méthode de référence SPE 1/RM/5
Juin 1990

Données de catalogage avant publication (Canada)

Vedette principale au titre:

Méthode de référence en vue d'essais aux sources : mesure des rejets de mercure des usines de chlore et de soude caustique équipées d'électrolyseurs au mercure

(Méthode de référence ; SPE 1/RM/5)
Texte en français et en anglais disposé tête-bêche.
Titre de la p. de t. addit.: Reference method for source testing, measurement of releases of mercury from mercury cell chlor-alkali plants.
Ed. rev. de: Méthodes uniformes de référence pour le contrôle à la source des émissions de mercure par les fabriques de chlore. Canada. Direction générale de la lutte contre la pollution atmosphérique, 1976. Cf av.-pr.
Comprend des références bibliogr.
ISBN 0-662-57520-2
N° de cat. MAS En49-24/1-5

1. Déchets dangereux -- Canada. 2. Mercure -- Déchets -- Élimination. 3. Pollution -- Mesure. I. Canada. Environnement Canada. II. Canada. Direction générale de la lutte contre la pollution atmosphérique. Méthodes uniformes de référence pour le contrôle à la source des émissions de mercure par les fabriques de chlore. III. Coll.: Rapport (Canada. Environnement Canada) ; SPE 1/RM/5.

TD899.C5R43 1990 363.72'87 C90-098644-1F

© Ministre des Approvisionnements et Services Canada 1990
No de catalogue En 49-24/1-5
ISBN 0-662-57520-2
IMPRIMERIE BEAUREGARD LIMITÉE

Commentaires

Pour formuler des commentaires ou obtenir des renseignements sur l'utilisation de la présente méthode de référence, s'adresser à :

Division de la mesure de la pollution
Direction du développement technologique
Environnement Canada
Centre de technologie environnementale de River Road
Ottawa (Ontario) K1A 0H3

Pour obtenir d'autres exemplaires du présent document, s'adresser à :

Publications de la Protection de l'environnement
Direction du développement technologique
Conservation et Protection
Environnement Canada
Ottawa (Ontario) K1A 0H3

Avant-propos

La méthode décrite dans le présent rapport est utilisée conjointement avec celle décrite dans la méthode de référence 1/RM/8 d'Environnement Canada, intitulée Méthode de référence en vue d'essais aux sources : mesure des rejets de particules de sources fixes. *Elle sert à déterminer le débit des émissions de mercure des usines de chlore et de soude caustique équipées d'électrolyseurs au mercure.*

Il faut suivre rigoureusement la méthode de référence dans tous ses aspects pour les essais de conformité, car tout écart peut entraîner des résultats erronés. Toute modification apportée aux appareils, aux réactifs, au matériel, au mode opératoire ou aux calculs précisés dans la méthode de référence doit être approuvée par écrit par Environnement Canada avant les essais. Si des modifications sont apportées sans approbation préalable, la validité des essais sera déterminée, cas par cas, par Environnement Canada.

REMARQUE : Toute mention d'une marque déposée ou d'un produit commercial ne constitue nullement une recommandation de la part d'Environnement Canada.

La présente méthode de référence (SPE 1/RM/5) est une version révisée du rapport EPS 1-AP-76-1, Méthodes uniformes de référence pour le contrôle à la source des émissions de mercure par les fabriques de chlore.

Table des matières

Avant-propos v

Liste des figures viii

Section 1
Principe 1

Section 2
Application 2

Section 3
Fiabilité 3
3.1 Spécificité 3
3.2 Limite de détection 3
3.3 Exactitude 3

Section 4
Appareillage 5
4.1 Dispositif d'échantillonnage 5
4.2 Équipement requis pour la récupération et l'analyse des échantillons 7

Section 5
Réactifs 9
5.1 Échantillonnage 9
5.2 Récupération et analyse 9

Section 6
Mode opératoire 10
6.1 Sources confinées dans des conduits ou cheminées 10
6.2 Échantillonnage dans le système d'aération de la salle d'électrolyse 11
6.3 Récupération et analyse des échantillons 13

Section 7
Calculs 15
7.1 Équations 15
7.2 Nomenclature 15

Références 17

Liste des figures

1 Dispositif d'échantillonnage du mercure 4

2 Dispositif multitubulaire d'échantillonnage en plusieurs points 6

3 Analyseur par absorption atomique sans flamme 8

4 Feuille de données sur la teneur en humidité 10

5 Feuille de données sur l'échantillonnage du mercure 12

Principe

Des effluents gazeux contenant du mercure sont extraits en un point précis d'une cheminée, d'un conduit ou d'un ventilateur. Le mercure est recueilli du courant gazeux au moyen d'impacteurs remplis d'une solution acide de permanganate, puis il est oxydé en mercure (II). Le mercure (II) est ensuite réduit en mercure élémentaire, entraîné hors de la solution par aération et dosé par absorption atomique sans flamme.

Section 2

Application

La méthode permet de déterminer le débit d'émission de mercure dans les courants gazeux suivants :

a) les gaz d'aération de la salle d'électrolyse;

b) la veine gazeuse d'hydrogène;

c) les gaz d'aération des collecteurs; et

d) les gaz s'échappant des cornues servant à la récupération des déchets contaminés par du mercure.

ATTENTION! Comme les mélanges d'air et d'hydrogène sont explosifs, il faut être extrêmement prudent lorsqu'on prélève des échantillons dans la veine d'hydrogène.

Voici des précautions recommandées :

a) avant l'échantillonnage, s'assurer que tous les raccords du compteur sont bien serrés et étanches;

b) ne faire fonctionner que la pompe à vide pendant l'essai;

c) n'utiliser qu'une sonde en verre ou en téflon;

d) sceller l'orifice d'échantillonnage pour minimiser les fuites d'hydrogène; et

e) évacuer les échantillons gazeux à 3 m (10 pi) au moins du dispositif d'échantillonnage[1].

Fiabilité

3.1 Spécificité

La méthode est spécifique pour le mercure contenu dans les courants gazeux des usines de chlore et de soude caustique qui sont mentionnés à la section 2.

3.2 Limite de détection

La limite de détection de la méthode est de 10 ng de mercure dans un circuit d'aération. Cela équivaut à une concentration de 2 $\mu g/m^3$, en se basant sur une durée d'échantillonnage de 4 h, à raison de 1 L/min, et sur une aliquote de 10 mL de la solution de prélèvement du mercure.

3.3 Exactitude

La méthode de prélèvement et de dosage est exacte à ± 5 %. Pour ce qui est de la mesure du débit, les valeurs de débit-volume sont exactes à ± 10 %.

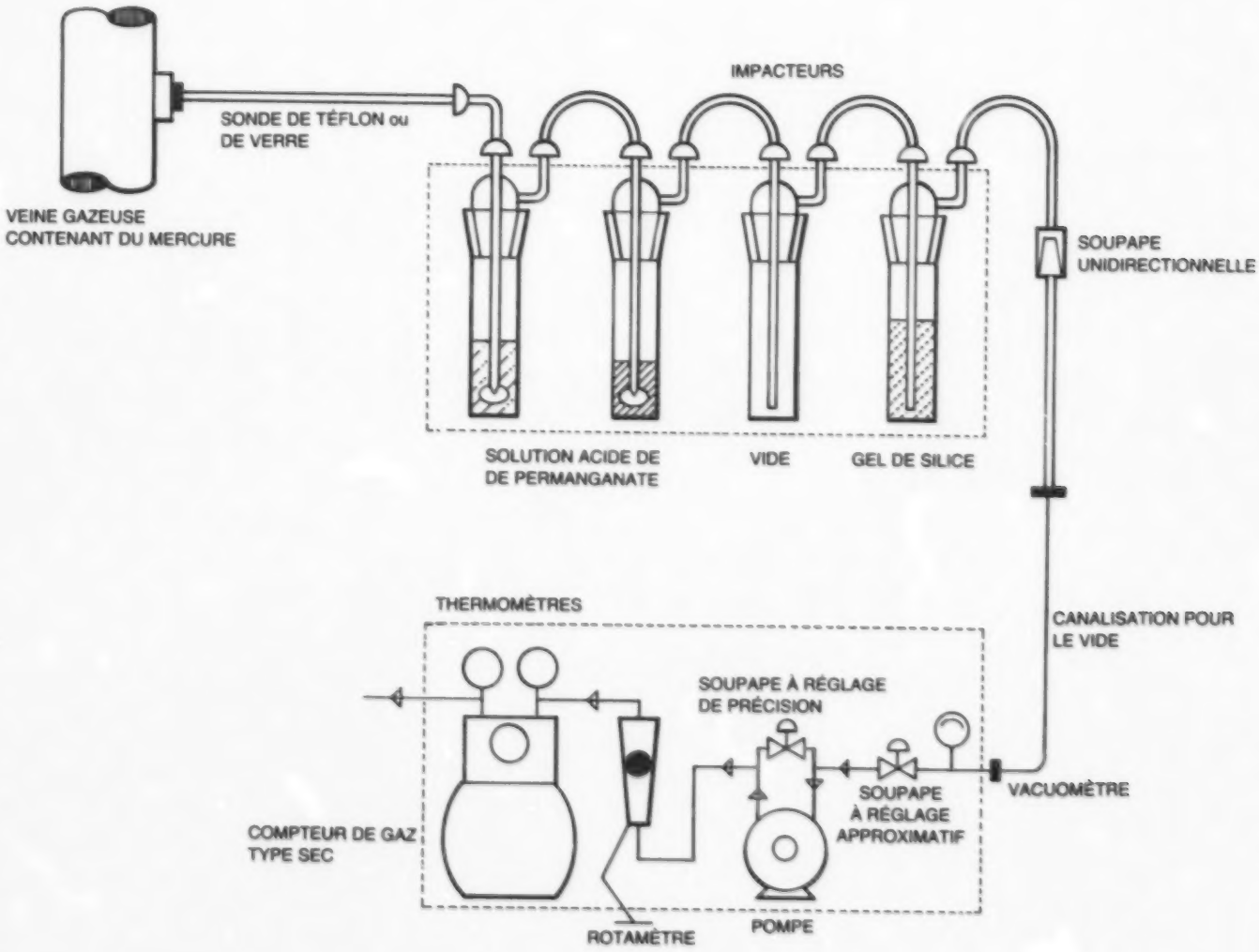


Figure 1 Dispositif d'échantillonnage du mercure

Appareillage

4.1 Dispositif d'échantillonnage

Impacteurs. Quatre impacteurs Greenburg-Smith sont reliés en série à l'aide de joints rodés à rotule et à logement de rotule en forme de U, et de pinces (figure 1). Le premier et le deuxième impacteurs possèdent l'extrémité et la plaque d'impact usuelles. Le troisième et le quatrième impacteurs sont modifiés : l'extrémité et la plaque d'impact sont remplacées par un tube de verre d'un diamètre intérieur de 13 mm (0,5 po), lequel est introduit jusqu'à une distance de 13 mm (0,5 po) du fond. Les tubes d'entrée et de sortie, d'un diamètre intérieur de 13 mm (0,5 po), sont reliés au dispositif à l'aide de joints à rotule et à logement de rotule.

Vanne de réglage. Une vanne à pointeau, ou l'équivalent, est utilisée pour régler le débit d'échantillonnage.

Pompe. Une pompe à vide, étanche, est employée pour soutirer les échantillons gazeux.

Compteur de gaz type sec. Un compteur de gaz type sec, étalonné à ±1 % (conformément à la méthode F de la méthode de référence 1/RM/8) et muni d'un indicateur de température, est utilisé pour déterminer le volume d'échantillonnage.

Débitmètre. Un rotamètre étalonné, ou l'équivalent, d'une capacité de 0 à 5 L/m, est requis pour mesurer le débit d'échantillonnage.

Sonde.

a) **Échantillonnage dans une cheminée.** Pour l'échantillonnage d'une source confinée, telle qu'une cheminée, on utilise une sonde convenable fabriquée à partir d'un tube d'acier inoxydable ou de tout autre matériau n'absorbant pas de quantités appréciables de mercure. Cette sonde est reliée à la tubulure d'admission en verre de la série d'impacteurs au moyen d'un tube de téflon aussi court que possible.

b) **Échantillonnage des gaz d'aération de la salle d'électrolyse.** Si les gaz d'aération de la salle d'électrolyse sont confinés dans des conduits ou des cheminées, une sonde convenable peut être fabriquée à partir d'un tube d'acier inoxydable. Cependant, si les gaz d'aération s'échappent par de gros évents non confinés ou par des ouvertures d'aération dans le toit, il faut utiliser un dispositif multitubulaire d'échantillonnage en plusieurs points (figure 2), qui peut être fabriqué à partir de tubes d'ABS ou de tout autre matériau convenable. Ce dispositif doit être maintenu à une température égale ou supérieure à celle des gaz d'aération.

Appareil de mesure du débit d'air. On utilise un tube de Pitot normal ou de type S, préalablement étalonné (conformément à la méthode F de la méthode de référence 1/RM/8). Si la vitesse de l'air est inférieure à 3 m/s (10 pi/s), il faut utiliser un anémomètre à moulinets, étalonné, ou un autre appareil approprié de mesure de débits faibles.

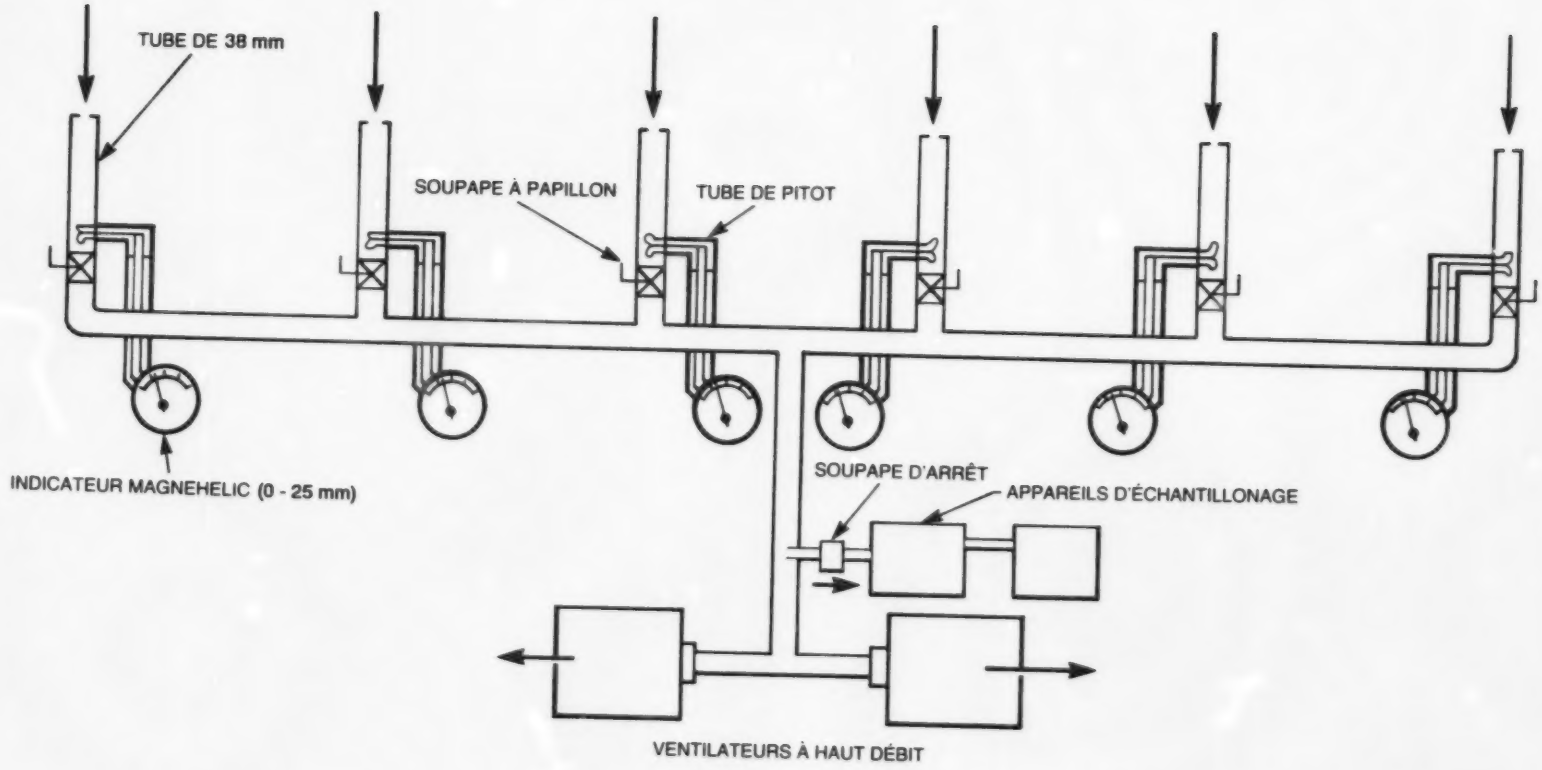


Figure 2 Dispositif multitubulaire d'échantillonnage en plusieurs points

Baromètre. Un baromètre, capable de mesurer la pression atmosphérique à ± 2,5 mm (0,1 po) de Hg est requis.

Jauge de température. Un thermocouple, ou l'équivalent, capable de mesurer la température à ± 1,5 % de la température minimale des gaz rejetés, est nécessaire.

Manomètre différentiel. Un manomètre à tube incliné, ou l'équivalent, capable de mesurer la pression cinétique dans le tube de Pitot à ± 0,13 mm (0,005 po) de H_2O, doit être employé.

4.2 Équipement requis pour la récupération et l'analyse des échantillons

Flacons laveurs.

Fioles jaugées. D'une capacité de 100, 250, 500 et 1 000 mL.

Pipettes. D'une capacité de 1, 2, 3, 4 et 5 mL.

Bouteilles de verre. Des bouteilles de verre ambré doivent servir à conserver les échantillons retirés des impacteurs.

Divers. Bechers et cylindres gradués.

Spectrophotomètre d'absorption atomique. Un appareil portatif, servant uniquement à l'analyse du mercure, est utilisé sur le terrain. On peut également se servir d'un instrument de recherche, s'il y en a un sur place. Ces deux types d'instruments sont disponibles commercialement. La figure 3 présente un schéma de l'analyseur, qui comporte un spectrophotomètre, une cellule d'absorption, une pompe et un contenant pour l'échantillon[2]. Il est recommandé de respecter les caractéristiques mentionnées à la figure 3; à défaut du matériel décrit, l'appareillage utilisé doit avoir été reconnu comme étant équivalent. Normalement, on peut se procurer un appareillage complet auprès du fabricant de spectrophotomètres.

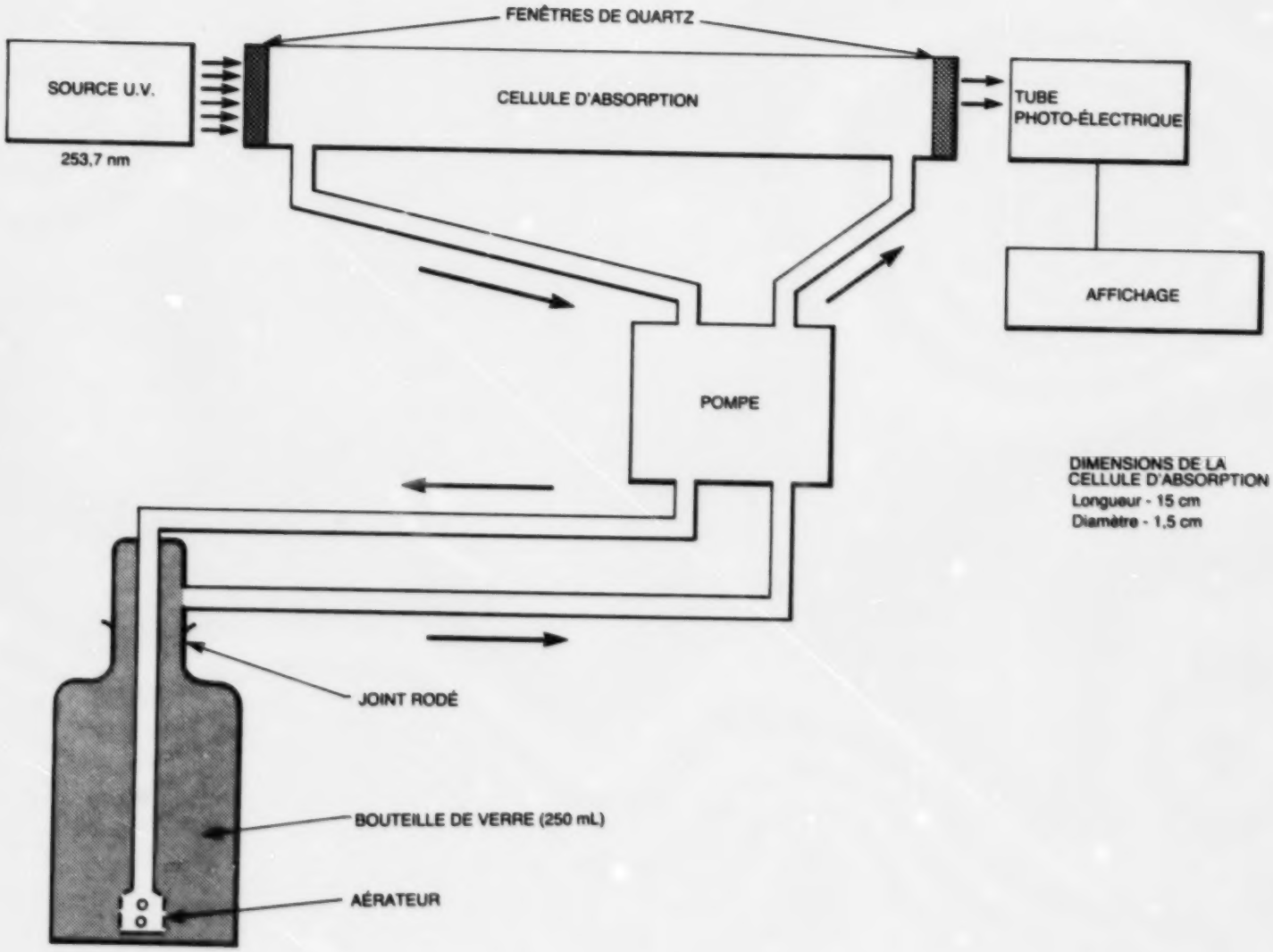


Figure 3 Analyseur par absorption atomique sans flamme

Réactifs

5.1 Échantillonnage

Eau. Eau désionisée ou distillée.

Acide sulfurique. (MISE EN GARDE : porter des lunettes de sécurité.) Préparer une solution à 20 % (v/v) en versant lentement 208 mL d'acide sulfurique concentré (H_2SO_4) dans 750 mL d'eau distillée froide. Agiter lentement à froid et diluer pour obtenir un volume final de 1 L à température ambiante.

Solution absorbante acide de permanganate. Préparer une solution à 2 % (p/v) de permanganate de potassium ($KMnO_4$) dans une solution à 10 % (v/v) d'acide sulfurique. Pour ce faire, dissoudre 20 g de permanganate de potassium (qualité «réactif») dans 500 mL d'acide sulfurique à 20 %, puis compléter le volume à 1 L. Préparer uniquement la quantité suffisante pour une journée d'échantillonnage. Conserver au frais et à l'obscurité dans une bouteille de verre ambré. **Ne pas conserver cette solution pendant plus d'une journée.**

Solution de nettoyage. (MISE EN GARDE : porter des lunettes de sécurité.) Pour nettoyer la verrerie avant l'emploi, préparer une solution contenant 35 mL d'une solution saturée de bichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$), qui sont lentement ajoutés à 1 L d'acide sulfurique concentré. Refroidir durant la préparation.

Gel de silice. De type indicateur, 6 à 16 mesh, séché à 175 °C pendant 2 h.

5.2 Récupération et analyse

Eau. Eau désionisée ou distillée.

Chlorhydrate d'hydroxylamine. Préparer une solution aqueuse à 15 % (p/v) en dissolvant 15 g de chlorhydrate d'hydroxylamine ($NH_2OH \cdot HCl$) (qualité «réactif») dans 80 mL d'eau, et en complétant à 100 mL avec de l'eau distillée. Conserver dans un flacon laveur.

Solution étalon mère de mercure. Cette solution est disponible commercialement ou elle peut être préparée à partir de sels de mercure. On obtient une solution étalon contenant 1 000 ppm de mercure en dissolvant 1,3535 g de chlorure mercurique ($HgCl_2$, poison) dans 50 mL d'acide nitrique concentré (HNO_3), puis en complétant à 1 L. Ce réactif, lorsque conservé dans un contenant de verre, reste stable pendant au moins trois mois.

Solution étalon fille de mercure. Préparer une solution étalon contenant 10 ppm de mercure dans de l'acide nitrique à 1 % (v/v); pour ce faire, prendre 1 mL de la solution étalon mère, puis compléter à 100 mL avec de l'acide nitrique à 1 % (v/v). Ce réactif demeure stable pendant une semaine.

Acide sulfurique. (MISE EN GARDE : porter des lunettes de sécurité.) Préparer une solution 2 *N* en versant lentement 56 mL d'acide sulfurique concentré dans 900 mL d'eau froide. Agiter lentement à froid et compléter à 1 L à température ambiante.

Chlorure stanneux. Préparer quotidiennement une solution fraîche de chlorure stanneux ($SnCl_2$) à 10 % (p/v) dans de l'acide sulfurique 2 *N*; pour ce faire, dissoudre 10 g de chlorure stanneux dans 80 mL d'acide sulfurique 2 *N*, puis compléter à 100 mL avec de l'acide sulfurique 2 *N*.

REMARQUE : Tous les réactifs doivent être exempts de mercure.

Usine _____

Adresse _____

Essai _____

Date _____

Responsable de l'essai _____

Numéro de l'impacteur	Contenu	Masse (g)
1	Permanganate de potassium	finale _____ initiale _____
2	Permanganate de potassium	finale _____ initiale _____
3	Vide	finale _____ initiale _____
4	Gel de silice	finale _____ initiale _____

Teneur en humidité totale (H_2O) _____

Figure 4 Feuille de données sur la teneur en humidité

Mode opératoire

6.1 Sources confinées dans des conduits ou cheminées

a) **Préparation du dispositif d'échantillonnage.** Laver soigneusement toute la verrerie avec la solution de nettoyage. Bien rincer avec de l'eau distillée. Ajouter respectivement 200 mL et 150 mL de solution absorbante dans le premier et le deuxième impacteurs. Laisser le troisième impacteur vide; il sert à retenir l'eau ou l'acide qui pourraient passer. Déposer 200 g de gel de silice dans le quatrième impacteur, afin de protéger la pompe et le compteur de gaz type sec. Peser les impacteurs à 0,5 g près et consigner les résultats sur la feuille de données sur la teneur en humidité (figure 4). Réaliser le montage du dispositif (figure 1). Établir le taux de fuite du montage au site d'échantillonnage en bouchant le tube d'admission au premier impacteur et en créant le vide à 250 mm de Hg ($3{,}3 \times 10^4$ Pa). Un taux de fuite inférieur à 1 % du débit d'échantillonnage est acceptable.

b) **Prélèvement des échantillons.** À l'aide d'un baromètre, mesurer la pression atmosphérique à ± 2,5 mm de Hg ($3{,}3 \times 10^2$ Pa). Placer la sonde près du centre du conduit ou de la cheminée. Actionner la pompe et échantillonner à un débit proportionnel à celui des gaz dans la cheminée; le débit à l'intérieur du dispositif d'échantillonnage doit être maintenu entre 1 et 3 L/min. Prendre des lectures au moins toutes les 15 min ainsi qu'en présence de changements notables des conditions dans la cheminée, qui nécessitent l'ajustement du débit d'échantillonnage. Les gaz de sortie du compteur de gaz type sec doivent être canalisés vers l'extérieur lorsque la veine d'hydrogène est échantillonnée. Inscrire les données se rapportant à chaque prélèvement sur un tableau semblable à celui qui est illustré à la figure 5. Lorsque la durée voulue d'échantillonnage est atteinte, arrêter la pompe et prendre les lectures finales. Retirer la sonde de la cheminée et la déconnecter du dispositif.

REMARQUE : Consulter la section 5, Réactifs, pour de plus amples détails concernant la préparation des solutions de nettoyage et des réactifs.

Vitesse et débit-volume des gaz de cheminée. La vitesse moyenne et le débit-volume moyen des gaz de cheminée sont déterminés selon la méthode B décrite dans la méthode de référence SPE 1/RM/8. Lorsqu'on utilise cette méthode, la masse moléculaire relative à sec de la veine d'hydrogène est, par convention, de 2,016. De même, si le courant gazeux est essentiellement composé d'air, la masse moléculaire relative à sec est de 28,96.

6.2 Échantillonnage dans le système d'aération de la salle d'électrolyse

Préparation du dispositif d'échantillonnage. Préparer le dispositif selon les indications données à la partie a) du paragraphe 6.1.

USINE _____

ADRESSE _____

ESSAI N° _____

DATE _____

DÉBUT DE L'ESSAI _____

TEMPÉRATURE AMBIANTE _____ °C

PRESSION BAROMÉTRIQUE _____ mm Hg

PRESSION DANS LA CHEMINÉE _____ mm Hg

Durée de l'échantillonnage (min)	Lecture de volume (m^3)	Lecture de température (°C)

Figure 5 Feuille de données sur l'échantillonnage du mercure

Prélèvement des échantillons. La diversité et le caractère particulier des circuits d'aération dans l'industrie du chlore et de la soude caustique empêchent d'établir une méthode de prélèvement qui puisse s'appliquer à tous les cas. Le dispositif conçu pour l'échantillonnage de chaque système d'aération doit être approuvé par l'organisme de réglementation compétent. Lorsque les modalités d'échantillonnage ont été approuvées, les prélèvements sont effectués conformément à la partie b) du paragraphe 6.1.

Vitesse et débit-volume de l'air dans la salle d'électrolyse. La vitesse et, par conséquent, le débit-volume de l'air d'aération de la salle d'électrolyse peuvent être déterminés à l'aide des méthodes et appareils décrits dans la méthode B de la méthode de référence SPE 1/RM/8, à condition que l'air rejeté soit confiné dans un conduit et que sa vitesse dépasse 3 m/s (10 pi/s).

Si le système de ventilation est relativement peu confiné et que la vitesse de l'air soit inférieure à 3 m/s, il faut utiliser un appareil convenant à la mesure de débits faibles, tel un anémomètre à moulinets. Le nombre total et la densité des points de mesure doivent être approuvés par l'organisme de réglementation compétent.

Le débit-volume est calculé à partir de la moyenne des mesures de la vitesse et de l'aire totale des orifices d'aération.

6.3 Récupération et analyse des échantillons

Échantillons. Transporter le dispositif d'échantillonnage dans le laboratoire d'analyse en prenant toutes les précautions possibles pour éviter la contamination ou la perte des échantillons. Déterminer le changement de teneur en humidité dans chaque impacteur et consigner les résultats sur la feuille de données sur la teneur en humidité (figure 4). Rincer la sonde et le raccord de l'orifice d'entrée du dispositif avec une quantité fraîche de la solution absorbante de permanganate. Ce liquide de rinçage peut être ajouté au premier ou au deuxième impacteur. Réduire l'excès de permanganate dans le premier et le deuxième impacteurs immédiatement après l'échantillonnage en y ajoutant lentement du chlorhydrate d'hydroxylamine et en agitant doucement jusqu'à décoloration. Transvaser le contenu de chaque impacteur dans une fiole jaugée de 500 mL. Rincer les impacteurs (sauf celui contenant du gel de silice), la sonde et les raccords de verre avec de l'eau distillée, ajouter l'eau de rinçage à la fiole et ajuster au trait de jauge avec de l'eau distillée.

REMARQUE : L'analyse par absorption atomique doit être terminée dans les 30 minutes qui suivent l'addition du chlorhydrate d'hydroxylamine.

Solutions étalons. Pour établir la courbe d'étalonnage, verser 80 mL de permanganate acide dans une fiole jaugée de 100 mL et ajouter 1 mL de la solution étalon de mercure à 10 ppm. Ajouter ensuite assez d'hydroxylamine pour décolorer la solution, et ajuster au trait de jauge avec de l'eau distillée.

MISE EN GARDE : Il y a dégagement de chaleur et de gaz lorsque le contenu de la fiole est mélangé.

Inverser lentement la fiole et agiter le contenu avec soin. Utiliser cet étalon, une demi-heure au plus tard après sa préparation, pour étalonner l'appareil d'absorption atomique. Un volume de 1 mL contient 100 ng de mercure, 2 mL en contiennent 200 ng, et ainsi de suite. Cinq points, chacun étant la médiane de deux dosages du même étalon, dans un intervalle de 0 à 500 ng/mL, devraient donner une courbe linéaire.

Préparer un blanc en suivant le mode opératoire ci-dessus, sauf en ce qui concerne l'addition de mercure. L'absorption d'une aliquote de 10 mL du blanc devrait être inférieure à 0,008. Le procédé d'aération décrit ci-dessous s'applique aux étalons et aux échantillons.

Pipetter une aliquote d'échantillon (habituellement 1 mL) dans la bouteille utilisée pour l'aération et compléter à 100 mL avec de l'eau. Ajouter rapidement 5 mL de la solution de chlorure stanneux au moyen d'un cylindre ou d'un récipient gradué. Fermer immédiatement le circuit d'analyse en plaçant l'aérateur dans la bouteille. Aérer à raison de 3 L/min et enregistrer l'absorption maximale à 253,7 nm. Entre les échantillons, faire passer un blanc afin que le circuit soit purgé de toute trace de mercure par la circulation d'air.

Calculs

Pour simplifier l'enregistrement des données durant un essai, on peut consigner les valeurs obtenues dans les unités de mesure qui sont propres à l'équipement d'échantillonnage. Au besoin, ces valeurs doivent être converties aux unités métriques qu'exigent les équations où elles sont utilisées.

7.1 Équations

Volume de gaz sec. Le volume total de l'échantillon, mesuré par le compteur de gaz de type sec, est ramené aux conditions de référence (25 °C et 101,3 kPa) au moyen de l'équation 1. Pour un compteur de gaz de type sec à compensation thermique, la valeur $(T_c)_m$ doit être remplacée par la température spécifiée par le fabricant.

$$(V_c)_{réf} = \frac{Y\ V_c\ T_{réf}\ P_{bar}}{(T_c)_m\ P_{réf}} \qquad (1)$$

Volume de la vapeur d'eau. Le volume de la vapeur d'eau dans l'échantillon gazeux, exprimé dans les conditions de référence (25 °C et 101,3 kPa), se calcule à l'aide de l'équation 2.

$$(V_{H_2O})_{réf} = \frac{H_2O \times 10^{-3}\ R\ T_{réf}}{M_{H_2O}\ P_{réf}} \qquad (2)$$

Teneur en humidité. La fraction volumique de vapeur d'eau dans la veine gazeuse, exprimée dans les conditions de référence (25 °C et 101,3 kPa), se calcule au moyen de l'équation 3.

$$\varphi_{H_2O} = \frac{(V_{H_2O})_{réf}}{(V_{H_2O})_{réf} + (V_c)_{réf}} \qquad (3)$$

Débit-volume des gaz de cheminée. Le débit-volume moyen des gaz, à l'état sec et dans les conditions de référence (25 °C et 101,3 kPa), se calcule grâce à l'équation 4.

$$(Q_v)_g = 3600\,(U_g)_m\,A\,(1 - \varphi_{H_2O})\,\frac{T_{réf}\ P_g}{(T_g)_m\ P_{réf}} \qquad (4)$$

La vitesse moyenne des gaz $[(U_g)_m]$ et la température moyenne des gaz $[(T_g)_m]$ pour les essais à chaque veine gazeuse sont déterminées en établissant les moyennes respectives des vitesses et des températures mesurées à chacun des points de mesure.

Concentration moyenne de mercure. La concentration de mercure dans chaque veine gazeuse est calculée à l'aide de l'équation 5.

$$C_{Hg} = (Hg_a - Hg_b)\,\frac{V_{sol}}{V_a\ (V_c)_{réf}} \qquad (5)$$

Débit des émissions de mercure. Le débit-masse des émissions de mercure de chaque veine gazeuse est calculé au moyen de l'équation 6.

$$(Q_m)_{Hg} = \frac{C_{Hg}\ (Q_v)_g\ 2{,}4 \times 10^{-5}}{P_d} \qquad (6)$$

7.2 Nomenclature

A = la surface de la section de la cheminée, en m^2

C_{Hg} = la concentration moyenne de mercure dans chaque veine gazeuse, à l'état sec et dans les conditions de référence, en $\mu g/m^3$

H_2O = la quantité de vapeur d'eau condensée dans les impacteurs, en g

Hg_a = la quantité de mercure dans l'aliquote, en µg

Hg_b = la quantité de mercure dans le blanc, en µg

M_{H_2O} = la masse molaire de l'eau, soit 18 kg/kmol

P_{bar} = la pression barométrique au point d'échantillonnage, en kPa

P_d = la capacité théorique de production de chlore, en milliers de kg/d

P_g = la pression absolue de la cheminée, en kPa

$P_{réf}$ = la pression de référence, soit 101,3 kPa

$(Q_m)_{Hg}$ = le débit-masse des émissions de mercure de chaque veine gazeuse, en g/d • 1 000 kg^{-1} de production théorique de chlore

$(Q_v)_g$ = le débit-volume des gaz de chaque source, à l'état sec et dans les conditions de référence, en m^3/h

R = la constante molaire universelle des gaz, soit 8,31 kPa • m^3(kmol • K)$^{-1}$

$(T_c)_m$ = la température absolue moyenne du compteur de gaz type sec, en K

$T_{réf}$ = la température de référence, soit 298 K

$(T_g)_m$ = la température moyenne des gaz de la veine gazeuse, en K

$(U_g)_m$ = la vitesse moyenne des gaz de la veine gazeuse, en m/s

V_a = le volume de l'aliquote d'échantillon, en mL

V_c = le volume de l'échantillon gazeux mesuré par le compteur de gaz type sec, en m^3

$(V_c)_{réf}$ = le volume de l'échantillon gazeux dans les conditions de référence, en m^3

V_{sol} = le volume total de l'échantillon, habituellement 500 mL

$(V_{H_2O})_{réf}$ = le volume de la vapeur d'eau dans l'échantillon gazeux, dans les conditions de référence, en m^3

Y = le facteur d'étalonnage du compteur de gaz type sec, adimensionnel

φ_{H_2O} = la fraction volumique de vapeur d'eau dans la veine gazeuse, adimensionnelle

Références

1. États-Unis, Environmental Protection Agency. *Determination of Particulate and Gaseous Mercury Emissions from Chlor-alkali Plants - Hydrogen Streams.* EPA Method 102, Revision 1. Novembre 1985.

2. Hatch, R.W. et W.L. Ott. «Determination of Sub-Microgram Quantities of Mercury by Atomic Absorption Spectrophotometry». *Analytical Chemistry*, vol. 40, 1968, p. 2085.